

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP05/001641

International filing date: 17 February 2005 (17.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE  
Number: 10 2004 007 617.0  
Filing date: 17 February 2004 (17.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 03 May 2005 (03.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

19 APR 2005

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 10 2004 007 617.0

**Anmeldetag:** 17. Februar 2004

**Anmelder/Inhaber:** Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der  
angewandten Forschung eV, 80636 München/DE

**Bezeichnung:** Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen,  
Vliesstoffe und deren Verwendung

**IPC:** D 04 H, D 01 D

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 12. April 2005  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

Stech

Pfenning, Meinig & Partner GbR

Patentanwälte  
European Patent Attorneys  
European Trademark Attorneys  
Dipl.-Ing. J. Pfenning (-1994)  
Dipl.-Phys. K. H. Meinig (-1995)  
Dr.-Ing. A. Butenschön, München  
Dipl.-Ing. J. Bergmann\*, Berlin  
Dipl.-Chem. Dr. H. Reitzle, München  
Dipl.-Ing. U. Grambow, Dresden  
Dipl.-Phys. Dr. H. Gleiter, München  
Dr.-Ing. S. Golkowsky, Berlin  
Dipl.-Chem. Dr. H. Riepe\*\*, München  
\*auch Rechtsanwalt, \*\*nur Patentanwalt

80336 München, Mozartstraße 17  
Telefon: 089/530 93 36  
Telefax: 089/53 22 29  
e-mail: muc@pmp-patent.de  
10719 Berlin, Joachimstaler Str. 10-12  
Telefon: 030/88 44 810  
Telefax: 030/88 13 689  
e-mail: bln@pmp-patent.de  
01217 Dresden, Gostritzer Str. 61-63  
Telefon: 03 51/87 18 160  
Telefax: 03 51/87 18 162  
e-mail: dd@pmp-patent.de

München,  
17. Februar 2004  
039P 1657

FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT zur  
Förderung der angewandten  
Forschung e.V.  
Hansastraße 27c

80686 München

---

Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen,  
Vliesstoffe und deren Verwendung

---

FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT...e.V.  
039P 1657

Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen,  
Vliesstoffe und deren Verwendung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung  
von Vliesstoffen, bei dem eine lyotrope Lösung von  
Cellulosecarbamat in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO)  
mittels Extrusion durch einen mehrere Öffnungen ent-  
haltenden Düsenbalken über einen Luftspalt in ein  
Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die  
im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium  
und/oder Fluid verwirbelt werden. Ebenso betrifft die  
Erfindung derartige Vliesstoffe sowie deren Verwen-  
dung.

Nonwovens sind textile Flächengebilde, bei denen der  
Zusammenhalt der Fasern nicht durch Weben oder Stri-  
cken, sondern durch Verhakungen und mitunter auch  
Verklebungen nach Verwirbelung der Fasern gewährleis-  
tet wird. Wegen der vielseitigen Verwendungsmöglich-  
keiten und der niedrigen Produktionskosten weist die

Nonwovens-Produktion nach wie vor hohe jährliche Wachstumsraten auf. Die Vorteile dieser Vliesmaterialien liegen insbesondere in der hohen Feuchtaufnahme, der hohen Variabilität von Dichte und Dicke sowie der weitgehenden Flächenanisotropie, woraus sich die zahlreichen Verwendungsmöglichkeiten ergeben, z.B. in der Medizin (Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundabdeckungen, Gaze, Wattebad usw.), für Hygieneprodukte, als Wischtücher in Haushalt und Industrie, als Dekorationsvliesstoffe (Tischdecken, Servietten, Vorhänge), Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie sowie für zahlreiche technische Anwendungen (z.B. Isoliermatten in der Bauindustrie).

Prinzipiell ist die Vliesbildung aus Kurzfasern, Stapelfasern oder Endlosfilamenten möglich. Die als „Spunbonding“ bzw. als „Spunlacing“ bezeichneten Verfahren der Vliesbildung aus Endlosfasern haben den Vorteil, dass das Erspinnen der Fasern und das Verlegen zu Vliesen in einem Prozess erfolgen, und sind Gegenstand dieser Erfindung. Als Ausgangsmaterial für die Vliesstoffe ist eine Vielzahl von faserbildenden Polymeren einsetzbar. Vliesstoffe aus Endlosfilamenten werden bevorzugt aus Synthesefasern wie Polyester, Polyacrylnitril oder Polypropylen hergestellt. Viskosefasern werden bevorzugt als Kurz- oder Stapelfasern zur Nonwovensherstellung eingesetzt.

Da das Viskoseverfahren, mit dem nach wie vor der größte Teil der Celluloseregeneratfasern hergestellt wird, mit erheblichen Umweltbelastungen und hohen Investitionskosten verbunden ist, werden bereits seit etlichen Jahren umfangreiche Anstrengungen unternommen, das Viskoseverfahren durch alternative Verfahren abzulösen. Dies gilt auch für die Herstellung von Nonwovens aus Cellulose. So wurde z.B. das sog. „Bem-

liese"-Verfahren entwickelt, bei dem Baumwolllinterns nach dem Cuproammoniumverfahren versponnen und zu Vliesen verarbeitet wird (US 3,833,438). Beide Verfahren haben darüber hinaus den Vorteil, dass die Nonwovens-Produkte aus Endlosfilamenten im Direktverfahren hergestellt werden können.

Ein anderes Verfahren, nach dem u.a. die bekannte „Lyocell“-Faser hergestellt wird, besteht im Ausfällen einer Lösung von Cellulose in einem System aus N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) und Wasser (US 3,767,756, DE 28 30 685), wobei die Lösung über einen Luftspalt in ein wässriges Fällbad extrudiert wird. Das Verfahren wird auch für die Herstellung von Nonwovens-Produkten eingesetzt (WO 00/18991, WO 98/07911).

Ein weiteres bekanntes Verfahren zur Herstellung von Fasern und anderen Formkörpern aus Regeneratcellulose besteht im Ausfällen einer Lösung von Cellulosecarbammat (EP-A 57 105, EP-A 178 292), das durch Umsetzung von Cellulose mit Harnstoff bei thermischer Spaltung des Harnstoffs in Isocyansäure und Ammoniak und Reaktion der Isocyansäure mit den OH-Gruppen der Cellulose gebildet wird. Cellulosecarbammat ist in kalter verdünnter Natronlauge löslich und kann in erwärmter Natronlauge wieder zu Cellulose regeneriert werden.

Ausgehend hiervon war es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein vom Viskoseverfahren unabhängiges Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen aus Cellulosecarbammat bzw. regenerierter Cellulose bereitzustellen, das bei guten Produkteigenschaften den Ansprüchen hinsichtlich geringer Investitions- und Produktionskosten sowie geringer Umweltbelastung genügt. Ebenso war es Aufgabe der Erfindung, Vliesstoffe mit

überlegenen Produkteigenschaften bereitzustellen.

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 1 und die Vliesstoffe mit den Merkmalen der Ansprüche 20 und 23 gelöst. Die weiteren abhängigen Ansprüche zeigen vorteilhafte Weiterbildungen auf. In den Ansprüchen 28 bis 33 werden Verwendungen des erfindungsgemäßen Vliesstoffes angegeben.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass eine lyotrope Lösung von Cellulosecarbamat in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) mittels Extrusion durch einen mindestens 20 Öffnungen, d.h. Düsen, enthaltenden Düsenblock über einen Luftspalt in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid unter Bildung des Vliesstoffes verwirbelt werden.

Cellulosecarbamat ist in NMMNO löslich und kann in ähnlicher Weise wie Cellulose verformt werden. Gegenüber dem herkömmlichen NMMNO-Verfahren zeigen sich dabei die folgenden vorteilhaften Unterschiede:

1. Die Viskosität der Lösung steigt mit zunehmendem Gehalt an Cellulose bzw. Cellulosecarbamat stark an. Eine zu hohe Viskosität beeinträchtigt jedoch die Spinnfähigkeit der Lösung. Die Grenze der Spinnfähigkeit liegt daher bei der herkömmlichen Celluloselösung bei einem Gehalt von maximal 15 %. Dagegen liegt diese Grenze bei Cellulosecarbamat bei etwa 30 %. Lösungen mit einem Gehalt an Cellulosecarbamat von 25 % sind noch problemlos verspinnbar. Die höhere Konzentration der Lösung bedingt einen geringeren Einsatz an Lösungsmittel

und damit einen geringeren Aufwand bei der Aufarbeitung des Fällbades zur Rückgewinnung des NMMNO und führt so zu einer deutlichen Kostensenkung.

- 5            2. Lösungen mit einem Cellulosecarbamatgehalt von über 20 % zeigen überraschend ein lyotropes Verhalten, d.h. das Cellulosecarbamat liegt in einem flüssigkristallinen Zustand vor, wie aus polarisationsmikroskopischen Aufnahmen (Bilder 1 und 2) ersichtlich ist. Daraus ergibt sich die äußerst vorteilhafte Anwendung, dass die Moleküle beim Verspinnen infolge der Scherung im Düsenkanal nahezu perfekt in Faserrichtung ausgerichtet werden, die Fasern somit eine außerordentlich hohe Orientierung und damit eine sehr hohe Festigkeit besitzen. Erreichbar sind Festigkeiten von 60 cN/tex und darüber.
- 10
- 15
- 20            3. Cellulosecarbamat besitzt eine wesentlich höhere Wasseraufnahmefähigkeit und bessere Anfärbbarkeit als Cellulose.

Vorzugsweise wird für die Extrusion ein Düsenbalken mit mindestens 10.000 Öffnungen verwendet. Das Verhältnis von Länge zu Durchmesser (L/D-Verhältnis) der Düsen liegt dabei vorzugsweise zwischen 1 und 20.

Bevorzugt beträgt die Breite des Luftspaltes zwischen Düse und Fällbad 5 bis 250 mm, besonders bevorzugt 10 bis 150 mm.

In einer bevorzugten Ausführungsvariante des Verfahrens werden die Endlosfäden nach dem Verspinnen in einen schlitzförmigen Trichter nach unten geführt, wobei am Ausgang des Trichters die Verwirbelung mit dem gasförmigen Medium und/oder Fluid erfolgt. Zur



Verbesserung der Verwirbelung der Endlosfäden ist es weiterhin bevorzugt, diese durch eine Rüttelbewegung des Trichters zu realisieren.

5

Als gasförmiges Medium und/oder Fluid werden vorzugsweise Luft und/oder Wasser eingesetzt.

10

Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Endlosfäden nach der Verwirbelung auf einem Transportband abgelegt werden. Vorzugsweise wird dabei durch Rüttelbewegung des Transportbandes eine weitere Verwirbelung der Endlosfäden realisiert.

15

Bevorzugt wird die lyotrope Lösung durch Quellen des Cellulosecarbamats in einer 50 %-igen Lösung von NMMNO in Wasser und anschließendem Entzug des Wassers bis auf ein Verhältnis von NMMNO zu Wasser zwischen 80:20 und 90:10, besonders bevorzugt 87:13 hergestellt.

20

Der Cellulosecarbamat-Anteil der lyotropen Lösung beträgt dabei bevorzugt mindestens 20 Gew.-%, besonders bevorzugt 22 bis 27 Gew.-%. Die Prozentangaben beziehen sich hierbei auf die gesamte lyotrope Lösung.

25

Vorzugsweise besteht das Fällbad aus einer Lösung von NMMNO in Wasser mit einem NMMNO-Anteil von 0,5 bis 25 Gew.-%, besonders bevorzugt 5 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die Lösung von NMMNO in Wasser.

30

Die Extrusion bzw. das Verspinnen erfolgt bevorzugt bei einer Temperatur von 80 bis 110° C, besonders bevorzugt von 85 bis 95° C.

35

In einer weiteren vorteilhaften Ausführungsvariante des Verfahrens wird der Vliesstoff im Anschluss an

die zuvor beschriebenen Schritte gewaschen, abgepresst sowie getrocknet. Das Waschen kann dabei vorzugsweise durch einen unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl erfolgen.

5 Weiterhin ist es bevorzugt, dass das Cellulosecarbammat in einem Regenerierungsbad aus 0,3 bis 1 Gew.-% Natriumhydroxid in Wasser bei einer Temperatur von 60 bis 95° C zu Cellulose regeneriert wird. Hierdurch  
10 wird es ermöglicht, Vliesstoffe aus regenerierter Cellulose herzustellen. In einer ersten vorteilhaften Variante ist es möglich, die Regenerierung zwischen Extrusion und Verwirbelung durchzuführen. Eine weitere bevorzugte Variante sieht vor, dass die Regenerierung nach der Verwirbelung durchgeführt wird.  
15

Erfindungsgemäße wird ebenso ein Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus Cellulosecarbammat bereitgestellt. Dabei ist es bevorzugt, dass die Endlosfäden eine Festigkeit von mindestens 60 cN/tex  
20 aufweisen. Weiterhin ist ein derartiger Vliesstoff vorzugsweise nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19 herstellbar.

5 Erfindungsgemäß wird auch ein Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden aus regenerierter Cellulose bereitgestellt. Hinsichtlich der Regenerierung des Cellulosecarbamats zu Cellulose wird dabei auf die Ansprüche 16 bis 19 Bezug genommen. Die Fasern aus  
30 regenerierter Cellulose weisen dabei bevorzugt einen Reststickstoffgehalt (Rest-N-Gehalt) von 0,3 bis 0,5, besonders bevorzugt von 0,1 bis 1,2, auf.

Der Vliesstoff weist eine Porenstruktur mit einer bevorzugten Porosität von 1 bis 10 % auf.  
35

Weiterhin ist es bevorzugt, dass der Vliesstoff eine spezifische innere Oberfläche zwischen 20 und 50 m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>, gemessen mittels Röntgenkleinwinkelstreuung (SAXS), aufweist.

5

Besonders bevorzugt ist der erfindungsgemäße Vliesstoff aus regenerierter Cellulose nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 19 herstellbar.

10

Verwendung finden die erfindungsgemäßen Vliesstoffe vorzugsweise in der Medizin, insbesondere als Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundabdeckungen, Gaze oder Watte pads. Ebenso sind die Vliesstoffe auch als Hygienestoffe oder als Wischtücher im Haushalt einsetzbar. Ein weiteres Anwendungsfeld der erfindungsgemäßen Vliesstoffe sind Dekorationsvliesstoffe, insbesondere Tischdecken, Servietten oder Vorhänge sowie Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie. Weiterhin finden die erfindungsgemäßen Vliesstoffe als Isoliermatten oder Verstärkervliese, z.B. als Ersatz für Glasfaservliese, in der Bauindustrie Verwendung. Aufgrund der hohen Festigkeit sind die erfindungsgemäßen Vliesstoffe ähnlich wie Glasfaservliese für die Verstärkung von Kunststoffen einsetzbar.

15

20

25

Anhand der nachfolgenden Figuren und des nachfolgenden Beispiels soll der erfindungsgemäße Gegenstand näher erläutert werden, ohne diesen auf die hierin beschriebenen Ausführungsvarianten zu beschränken.

30

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrensablaufs.

35

Fig. 2 zeigt einen erfindungsgemäßen schlitzförmigen Trichter, an dessen Ausgang die Verwirbelung erfolgt.

Der prinzipielle Ablauf des Verfahrens ist in Figur 1 dargestellt. Hierbei wird die Spinnlösung 1 über eine Spinnpumpe 2 mittels eines Düsenbalkens 3, der eine Vielzahl von Düsen enthält, in ein Fällbad 4 extrudiert. Das Spinnen erfolgt dabei senkrecht von oben nach unten über den Luftspalt in das Fällbad. Über Umlenkrollen 5 werden die Fasern in waagrechter Richtung abgezogen. Auf dieser Strecke kann sich optional ein erstes Waschbad und eine Reckstrecke befinden. Eine weitere Umlenkrolle 6 führt das Faserbündel anschließend nach unten in einen schlitzförmigen Trichter 7, an dessen Ausgang das Faserbündel beidseits von Luft oder Wasser angeströmt wird. Die so verwirbelten Fasern werden auf dem darunter befindlichen Transportband 8 abgelegt, wobei durch Rüttelbewegung der Ablegevorrichtung oder des Transportbandes quer zur Laufrichtung eine weitere Verwirbelung erfolgt. Das Band durchläuft ein Waschbad mit einer Waschdüse 9, das auch durch ein unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl realisiert werden kann, und damit im Sinne des Spun-Lacing zu einer weiteren Verfestigung des Materials führt. Das Transportband besteht aus einem weitmaschigen Netz, vorzugsweise aus Metall, das ein rasches Abfließen der Waschflüssigkeit gewährleistet. Anschließend kann das Material in entsprechenden Trocknungsvorrichtungen getrocknet werden. Das Wasser kann aber auch durch ein Walzenpaar ausgepresst werden, womit gleichzeitig eine Verdichtung des Vliesstoffes erreicht werden kann.

Figur 2 zeigt den Aufbau eines erfindungsgemäßen schlitzförmigen Trichters. Über den Fasereinlauf 1 kann die Faser in den besagten Trichter eingeführt werden. Der Transport der Faser durch den Trichter wird dabei durch eine Venturi-Düse ermöglicht, die

das Wasserstrahl-Prinzip umgesetzt. Durch die Öffnung 3 erfolgt die Zufuhr von Wasser, Luft oder auch einem Gemisch hiervon, das aufgrund des Venturi-Profiles so am Kanal 4 vorbeiströmt, dass ein Unterdruck entsteht, der die Faser durch den Kanal 4 transportiert. Am unteren Ende 5 des Trichters befindet sich der Faserausgang, von wo aus die Endlosfäden dann weitertransportiert werden können.

#### Beispiel

800 g Zellstoff mit einem  $DP_{(Cuoxam)}$  von 520 werden in einem Knetter mit 3200 g einer Lösung, bestehend aus 12 Gew.-% NaOH, 30 Gew.-% Harnstoff und 58 Gew.-% Wasser 1 h bei 25° C intensiv gemischt und anschließend bei 23° C 48 h auf einen  $DP_{(Cuoxam)}$  von 300 vorge-reift. Die feuchte Alkalicellulose wird bei Raumtemperatur in einem 5 l-Knetter mit 1200 g festem kristallinem Harnstoff 30 min geknetet. Anschließend wird die Temperatur des Kneters auf 140° C erhöht und das vorhandene Wasser abgezogen. Nach Erreichen einer Produkttemperatur von 140° C erhöht und das vorhandene Wasser abgezogen. Nach Erreichen einer Produkttemperatur von 140° C wird die Masse 120 min weiter geknetet und anschließend aus dem Knetter ausgetragen. Zur Gewinnung des reinen CC wird die trockene krümelige Masse 3 mal mit entionisiertem Wasser bei einem Flottenverhältnis von 1:16 gewaschen, über einer Fritte abgesaugt und dann bei Raumtemperatur getrocknet. Dieses aufgelockerte und krümelige Produkt hatte einen Stickstoffgehalt von 3,0 % und einen  $DP_{(Cuoxam)}$  von 290.

Das Cellulosecarbammat wurde in einem Knetter mit einer 50 %-igen wässrigen NMMO-Lösung versetzt, diese Lösung durch Abzug des überschüssigen Wassers unter ei-

5 nem Vakuum von 80 mbar bis zum NNMO-Monohydrat auf-  
konzentriert und dabei das Cellulosecarbamat aufge-  
löst. Die Spinnlösung hatte einen Cellulosegehalt von  
25 Masse-%. Die Lösung wurde auf einer Laboranlage  
mit 10.000 Kapillaren versponnen, über ein Rollensys-  
tem zur Verwirbelungsdüse geführt, dort in einem Was-  
serstrom verwirbelt und kontinuierlich auf einem För-  
derband zu einem Vlies abgelegt, gewaschen und ge-  
trocknet. Das Flächengewicht des Vlieses betrug  
10 75,7 g/m<sup>2</sup>, die Trockenfestigkeit 8,5 kN/m.

FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT...e.V.

039P 1657

Patentansprüche

5

1. Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem eine lyotrope Lösung von Cellulosecarbamat in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) mittels Extrusion durch einen mindestens 20 Öffnungen enthaltenden Düsenblock über einen Luftspalt in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid verwirbelt werden.

10

15

2. Verfahren nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet, dass ein Düsenblock mit mindestens 10000 Öffnungen eingesetzt wird.

20

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis von Länge zu Durchmesser der Düsen von 1 bis 20 beträgt.

25

4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Breite des Luftspaltes zwischen Düse und Fällbad 5 bis 150 mm, insbesondere 10 bis 50 mm beträgt.

30

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden nach dem Verspinnen in einen schlitzförmigen Trichter nach unten geführt werden, wobei am Ausgang des Trichters die Verwirbelung mit dem gasförmigen Medium und/oder Fluid erfolgt.

5

10

6. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass durch Rüttelbewegung des Trichters eine weitere Verwirbelung der Endlosfäden erreicht wird.

15

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass als gasförmiges Medium und/oder Fluid Luft und/oder Wasser eingesetzt werden.

20

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden nach der Verwirbelung auf einem Transportband abgelegt werden.

25

30

9. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass durch Rüttelbewegung des Transportbandes eine weitere Verwirbelung



lung der Endlosfäden erreicht wird.

10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

5

dadurch gekennzeichnet, dass der Cellulosecarbamat-Anteil der lyotropen Lösung mindestens 20 Gew.-%, insbesondere 22 bis 27 Gew.-%, bezogen auf die Lösung, beträgt.

10

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

15

dadurch gekennzeichnet, dass die lyotrope Lösung durch Quellen des Cellulosecarbamats in einer 40 bis 70 %igen, insbesondere einer 50 %igen Lösung von NMMNO in Wasser und anschließendem Entzug des Wassers bis auf ein Verhältnis von NMMNO zu Wasser zwischen 80:20 und 90:10 hergestellt wird.

20

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

25

dadurch gekennzeichnet, dass das Fällbad aus einer Lösung von NMMNO in Wasser mit einem NMMNO-Anteil von 0,5 bis 25 Gew.-%, insbesondere 5 bis 15 Gew.-%, bezogen auf die Lösung, besteht.

30

13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass die Extrusion bei

einer Temperatur zwischen 80 bis 110 °C, insbesondere 85 bis 95 °C erfolgt.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff im Anschluss gewaschen, abgepresst und getrocknet wird.

15. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass das Waschen durch einen unter hohem Druck stehenden Wasserstrahl erfolgt.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass das Cellulosecarbammat in einem Regenerierungsbad zu Cellulose regeneriert wird.

17. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch,

dadurch gekennzeichnet, dass das Regenerierungsbad aus 0,3 bis 1 Gew.-% Natriumhydroxid in Wasser besteht und die Regeneration bei einer Temperatur von 60 bis 95 °C erfolgt.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 oder 17,

dadurch gekennzeichnet, dass die Regenerierung

zwischen Extrusion und Verwirbelung durchgeführt wird.

- 5
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 oder 17,  
dadurch gekennzeichnet, dass die Regenerierung  
nach der Verwirbelung durchgeführt wird.
- 10
20. Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden  
aus Cellulosecarbamat.
- 15
21. Vliesstoff nach Anspruch 20,  
dadurch gekennzeichnet, dass die Endlosfäden ei-  
ne Festigkeit von mindestens 60 cN/tex aufwei-  
sen.
- 20
22. Vliesstoff nach Anspruch 20 oder 21,  
dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff nach  
dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 15  
herstellbar ist.
- 25
23. Vliesstoff aus einem Wirrgelege aus Endlosfäden  
aus regenerierter Cellulose.
- 30
24. Vliesstoff nach Anspruch 23,  
dadurch gekennzeichnet, dass der Rest-N-Gehalt  
von 0,3 bis 0,5 %, insbesondere 0,1 bis 0,2 %  
beträgt.

25. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 oder 24,  
dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff eine  
Porenstruktur mit einer Porosität von 1 bis 10 %  
aufweist.

5

26. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 bis 25,  
dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff ei-  
nen spezifische innere Oberfläche zwischen 20  
und 50 m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>, gemessen mittels Röntgenkleinwin-  
kelstreuung (engl. small angle x-ray scatte-  
ring, SAXS), aufweist.

10

27. Vliesstoff nach einem der Ansprüche 23 bis 26,  
dadurch gekennzeichnet, dass der Vliesstoff mit  
dem Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 19  
herstellbar ist.

15

28. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An-  
sprüche 20 bis 27 in der Medizin, insbesondere  
als Operationsabdecktücher, Betttücher, Wundab-  
deckungen, Gaze oder Watte pads.

20

29. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An-  
sprüche 20 bis 27 als Hygienestoffe oder als  
Wischtücher im Haushalt.

25

30. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der An-  
sprüche 20 bis 27 als Dekorationsvliesstoffe,  
insbesondere Tischdecken, Servietten oder Vor-

30

hänge.

31. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 20 bis 27 als Einlegevliese in der Bekleidungsindustrie.

5

32. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 20 bis 27 als Verstärkungsvliese oder Isoliermatten in der Bauindustrie.

33. Verwendung der Vliesstoffe nach einem der Ansprüche 20 bis 27 als Verstärkungsmaterial für faserverstärkte thermoplastische und duroplastische Kunststoffe.

10

FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT...e.V.

039P 1657

### Zusammenfassung

5

10

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vliesstoffen, bei dem eine lyotrope Lösung von Cellulosecarbamat in N-Methylmorpholin-N-Oxid (NMMNO) mittels Extrusion durch einen mehrere Öffnungen enthaltenden Düsenbalken über einen Luftspalt in ein Fällbad zu mehreren Endlosfäden versponnen wird, die im Anschluss durch Anströmen mit gasförmigem Medium und/oder Fluid verwirbelt werden. Ebenso betrifft die Erfindung derartige Vliesstoffe sowie deren Verwendung.

15

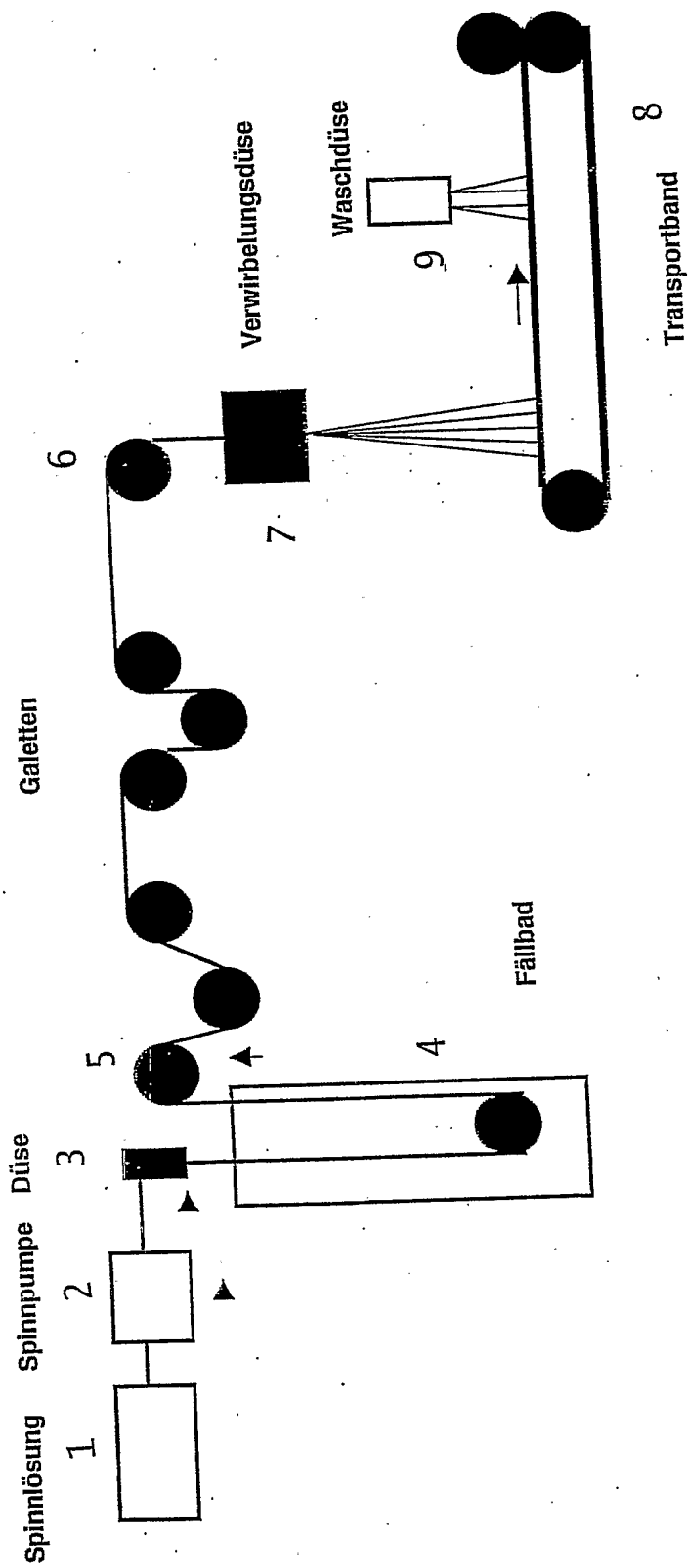


Fig. 1

2/2

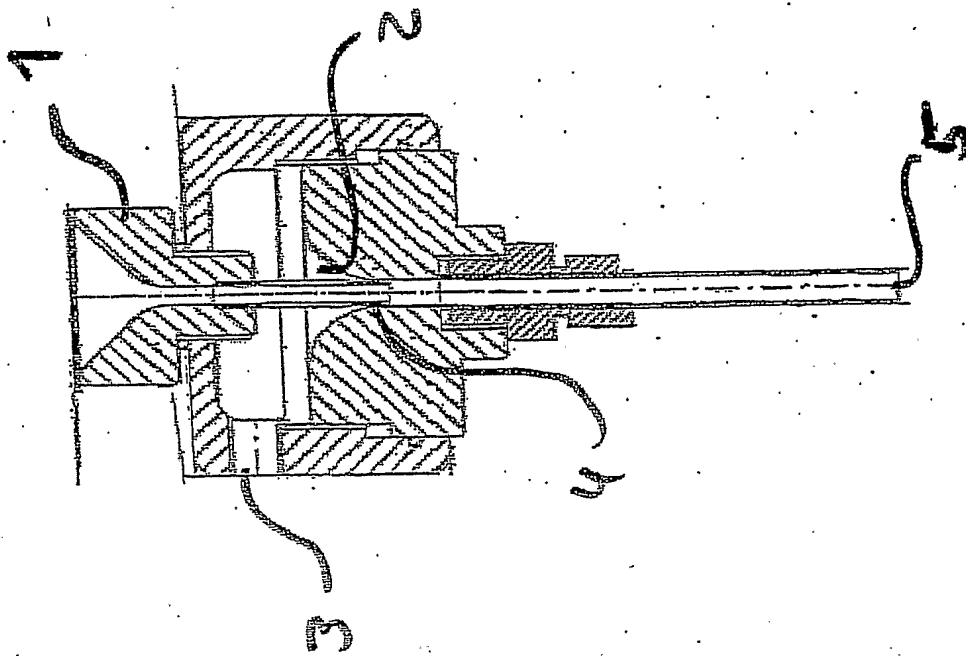


Fig. 2